

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah penelitian non eksperimental dengan metode observasi. Penelitian dengan metode ini menganalisis Krim Pemutih Wajah yang dijual di Kota Ponorogo dengan uji kualitatif merkuri (Hg) menggunakan teknik amalgam dan uji kuantitatif kadar merkuri (Hg) menggunakan Spektrometer Serapan Atom (SSA).

#### **3.2 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari – Februari pada uji kualitatif dilaksanakan di Laboratorium Kimia Poltekkes Kemenkes Malang dan untuk uji kuantitatifnya dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang

#### **3.3 Sampel**

Teknik pengambilan sampel dalam penelitian ini menggunakan metode *purposive sampling* sehingga sampel dapat mewakili karakteristik populasi yang telah ditentukan. Sampel dalam penelitian ini adalah Krim Pemutih Wajah yang tidak teregistrasi BPOM dengan jumlah sampel yang akan diambil 4 sampel (A,B,C dan D).

### **3.4 Alat dan Bahan**

#### **3.4.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) model AA240 Varian Australia, timbangan analitik, labu ukur (volume 10, 50 ml, 100 ml dan 1000 ml), Gelas kimia 50 mL, 100 ml dan 250 ml, corong, kertas saring whatman 42, hot plate, pipet volume 5 mL dan 10 mL, pipet tetes, cawan porselin 50 ml dan tanur. batang pengaduk, gelas ukur, spatula, amplas, logam uji (Kawat Tembaga).

#### **3.4.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Aquades ( $H_2O$ ),  $HgCl_2$  (Merkuri / Raksa (II) Klorida) PA yang dibeli dari Toko Bahan Kimia, Krim Pemutih Tidak teregistrasi BPOM yang dibeli dari toko kosmetik yang berada di Kota Ponorogo, Tembaga (Cu) dengan ketebalan 5 mm,  $HNO_3$ ,  $HCl$  6 N,  $H_2SO_4$ .

### **3.5 Variabel Penelitian**

Dalam penelitian ini yang dimaksud dengan variabel bebas adalah Krim Pemutih Wajah tidak teregistrasi BPOM, sedangkan variabel terikat adalah berapa kadar logam timbal (Hg) yang ada didalam Krim Pemutih wajah.

Tabel 3.5 Variabel Penelitian

Variabel	Definisi Operasional	Parameter	Alat Ukur	Kriteria
- Kadar Hg pada Krim Pemutih wajah yang Tidak teregistrasi BPOM yang beredar di Kota Ponorogo	- Penentuan adanya merkuri secara kualitatif pada Krim Pemutih wajah	- Terbetuknya bercak warna abu-abu pada batang tembaga (Cu)	- Batang tembaga (Cu) - Spektro fotometer Serapan Atom (SSA)	- Memenuhi syarat < 1 mg/kg atau 1 mg/L (1ppm)
- Krim Pemutih yang teridentifikasi mengandung merkuri pada Krim Pemutih Wajah yang tidak teregistrasi BPOM yang beredar di Ponorogo	- Penentuan banyaknya merkuri secara kuantitatif pada Krim Pemutih wajah	- Jumlah merkuri pada setiap sampel		- Tidak memenuhi uhi Syarat >1 mg/kg atau 1 mg/L(1 ppm) (BPM RI,

				2019)
--	--	--	--	-------

### **3.6 Prosedur Penelitian**

#### **3.6.1 Pengambilan sampel**

Pengambilan sampel Krim Pemutih Wajah tidak teregistrasi BPOM yang beredar di Kota Ponorogo berdasarkan survey/riset data menggunakan google form dengan mengambil sampel sebanyak 4 sampel Krim Pemutih Wajah tidak teregistrasi BPOM yang paling banyak digunakan oleh remaja di Ponorogo.

#### **3.6.2 Uji Kualitatif Metode Amalgam**

Pada uji kualitatif menggunakan metode amalgam dilakukan dengan memasukkan larutan HCl 6 N kedalam gelas beaker 50 ml. Kemudian menambahkan sampel sebanyak 12,5 gram. Setelah itu, memasukkan batang tembaga yang sudah di amplas ke dalam gelas beaker. Kemudian diamkan selama 45 menit. Sampel yang positif jika bagian batang tembaga yang dicelupkan mengalami perubahan warna menjadi keabu-abuan.

Untuk kontrol positif (baku merkuri) memasukkan larutan HCl 6 N kedalam gelas beaker 30 ml. Kemudian menambahkan larutan merkuri 1000 ppm dan batang tembaga. Setelah itu, diamkan selama 45 menit.

### 3.6.3 Uji Kuantitatif

#### 1. Preparasi Sampel

Pada preparasi prosedur pertama yaitu dengan menimbang sampel sebanyak 2 gram, dan memasukkan kedalam vessel. Kemudian menambahkan 7 mL asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat 65% p.a dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (total volume sampel 8 mL). Selanjutnya masukkan ke dalam microwave untuk proses destruksi selama 30 menit.

#### 2. Pembuatan Larutan Induk / Baku Merkuri (Hg)

##### ➤ Pembuatan Larutan Induk Merkuri (Hg) 1000 ppm

Merkuri nitrat  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  ditimbang sebanyak 0,0162 gram. Kemudian dilarutkan dengan aquades ( $\text{H}_2\text{O}$ ) sebanyak 100 mL dalam gelas kimia. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL. Kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas lalu di homogenkan.

##### 1. Pembuatan Larutan Induk / Baku Merkuri (Hg) 100 ppm

Larutan induk 1000 di pipet 10 mL ke labu ukur 100 mL, Ditambahkan aquades hingga batas tanda.

Pembuatan larutan antara 10 ppm

Larutan baku 100 ppm diatas, dipipet 25 mL ke labu ukur 250 mL. Ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas.

##### 3. Pembuatan Larutan Kerja

Dipipet sebanyak 0 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL dan 50 mL dari larutan baku antara 10 ppm dengan konsentrasi standart 0 ppm, 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm pada volume 100 ml.

### **3. Pembuatan Kurva Kalibrasi Merkuri**

Mengukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom, kemudian membaca absorbansinya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom yang dilengkapi MVU (*Mercury Vapor Unit*) pada panjang gelombang 253,75 nm.

### **4. Perhitungan Kadar Merkuri**

Data yang diperoleh dari pengukuran serapan larutan standar dibuat kurva kalibrasi dengan cara memplotkan absorbansi dari masing-masing larutan standart sebagai sumbu Y dengan konsentrasi larutan standart (ppm) sebagai sumbu X. Dengan menghitung konsentrasi larutan sampel berdasarkan kurva kalibrasi larutan standar Hg. Kadar logam dalam sampel dapat dihitung menggunakan rumus :

$$\text{Konsentrasi logam Hg } (\mu\text{g/g}) = \frac{C_s V_s F_p}{W}$$

Keterangan :

C : Konsentrasi sampel dari SSA ppm (mg/L) dikonversi ke dalam ppb ( $\mu\text{g/L}$ )

V : Volume akhir larutan (mL) dikonversi ke dalam satuan liter (L)

Fp : Faktor pengenceran (jika ada)

W : Berat sampel (g)

### **3.6.4 Pengukuran Kadar Pada Sampel**

Pada pengukuran kadar sampel Krim Pemutih wajah dengan mengukur larutan blanko, Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada masing-masing larutan kerja dengan panjang gelombang 253,75 nm. Selanjutnya membuat Kurva kalibrasi  $ax+b$  dengan minimal korelasi 0,995. Diambil larutan sampel yang telah dipreparasi dan mengukur absorbansi sampel pada panjang gelombang 253,75 nm. kemudian mencatat hasil pengukuran berupa absorbansi sampel.

### **3.6.5 Pengolahan data, Penyajian dan Analisis Data**

#### **1. Pengolahan Data**

Absorbansi dan konsentrasi masing-masing sampel

#### **2. Analisis Data**

1. Konsentrasi sampel dihitung berdasarkan kurva kalibrasi larutan standart
2. Dihitung dengan rumus  $Hg \text{ (mg/L)} = \frac{C \times V \times Fp}{W}$

3. Dibandingkan dengan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 12 Tahun 2019.

### **3. Penyajian data**

Interpretasi data pengukuran absorbansi larutan disajikan dalam bentuk tabel dan kurva kalibrasi disajikan dengan grafik untuk memperoleh nilai  $y = ax + b$  dan memudahkan dalam pembacaan data.